

Sedimen – Bagian 3: Cara uji timbal (Pb) secara destruksi asam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)



© BSN 2004

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi.....	1
4 Cara uji.....	2
4.1 Prinsip.....	2
4.2 Bahan	2
4.3 Peralatan	2
4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji.....	3
4.5 Persiapan pengujian	3
4.6 Prosedur	3
4.7 Pengukuran kadar timbal, Pb	4
4.8 Perhitungan.....	5
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
5.1 Jaminan mutu	6
5.2 Pengendalian mutu.....	6
6 Rekomendasi.....	6
Lampiran A Presisi dan akurasi.....	7
Lampiran B Pelaporan	8
Bibliografi	9

Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan tanah maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan tanah.

SNI tentang *Sedimen – Bagian 3: Cara uji timbal (Pb) secara destruksi asam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)* ini disusun dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode. Selanjutnya hasil dari validasi metode ini dikaji bersama dengan para *stakeholders* yang berperan sebagai Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Air dan Gugus Kerja Kualitas Tanah pada Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan*.

Standar ini telah dikonsensuskan pada tanggal 17 Oktober 2003 di Jakarta. Rapat konsensus dihadiri oleh wakil dari perguruan tinggi, konsumen, produsen dan instansi terkait baik pusat maupun daerah.



Sedimen – Bagian 3: Cara uji timbal (Pb) secara destruksi asam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan timbal, Pb dalam sedimen secara destruksi asam dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) pada kadar terendah 0.07 µg/g.

2 Acuan normatif

United State Environmental Protection Agency (USEPA), SOP#:2016, 1994.

3 Istilah dan definisi

3.1

larutan induk

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

3.2

larutan induk timbal, Pb

larutan induk yang mempunyai kadar timbal, Pb 1000 µg/ml

3.3

larutan baku

larutan induk yang diencerkan dengan asam nitrat, HNO₃ 1,0 N dan mempunyai kadar timbal, Pb 100 µg/ml dan 10 µg/ml

3.4

larutan kerja

larutan baku yang diencerkan dengan asam nitrat, HNO₃ 1,0 N yang digunakan untuk membuat kurva kalibrasi sehingga mempunyai kadar timbal, Pb 0,0 µg/ml; 0,2 µg/ml; 0,4 µg/ml; 0,6 µg/ml; 0,8 µg/ml; dan 1,0 µg/ml

3.5

larutan blanko

air suling yang bebas bahan analit atau mengandung timbal dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

3.6

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

3.7

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3.8

Certified Reference Material (CRM)

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Senyawa timbal dalam contoh uji sedimen didestruksi dalam suasana asam sampai terlarut semua, kemudian diukur kadarnya dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara langsung.

4.2 Bahan

- a) larutan induk timbal, Pb 1000 µg/ml;
- b) asam nitrat p.a, HNO₃ pekat (65%);
- c) asam nitrat, HNO₃ 1,0 N:
Ambil 142,5 ml asam nitrat, HNO₃ pekat ke dalam labu ukur 1000 ml yang telah berisi 250 ml air suling, lalu tepatkan menjadi 1000 ml. Kocok sampai homogen.
- d) asam nitrat, HNO₃ 10%;
Ambil 153,8 ml asam nitrat, HNO₃ pekat ke dalam labu ukur 1000 ml yang telah berisi 250 ml air suling, lalu tepatkan menjadi 1000 ml. Kocok sampai homogen.
- e) asam perklorat p.a, HClO₄ pekat;
- f) air suling yang bebas bahan analit atau mengandung timbal dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi dan daya hantar listrik (DHL) < 2,00 µS/cm;
- g) batu didih;
- h) kertas saring kuantitatif dengan ukuran pori 8,0 µm.

4.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
- b) timbangan analitik dengan ketelitian sampai dengan 0,0001 g;
- c) cawan porselin;
- d) desikator;
- e) oven;
- f) gelas ukur 100 ml;
- g) pipet volumetri 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; dan 10 ml;
- h) pipet komagome 3 ml dan 5 ml;
- i) gelas piala 100 ml;
- j) penangas listrik (*hot plate*);
- k) corong;
- l) kaca arloji;
- m) batang pengaduk;
- n) *spatula*;
- o) mortar dan alu;

- p) erlenmeyer 250 ml;
- q) botol gelas atau polietilen bertutup;
- r) labu ukur 50 ml; 100 ml dan 1000 ml.
- s) pipet ukur 10 ml.

CATATAN Semua peralatan gelas yang akan digunakan harus direndam dengan deterjen bebas fosfat, selanjutnya dibilas dengan air suling dan direndam dalam larutan HNO_3 10%. Kemudian dibilas kembali dengan air suling. Biarkan peralatan gelas sampai kering dan siap untuk digunakan.

4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

Siapkan contoh uji dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan metode *Sediment Sampling* USEPA-600 (SOP#: 2016).
- b) Buang benda-benda asing seperti potongan plastik, daun atau bahan lain yang bukan contoh uji.
- c) Kering udarakan contoh uji pada suhu ruang.
- d) Gerus contoh uji dan dihomogenkan.
- e) Simpan dalam botol gelas atau polietilen yang bertutup.

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Pembuatan larutan baku timbal, Pb 100 $\mu\text{g/ml}$

- a) Pipet 10 ml larutan induk timbal, Pb 1000 $\mu\text{g/ml}$ ke dalam labu ukur 100 ml.
- b) Tambahkan larutan asam nitrat, HNO_3 1,0 N sampai tepat pada tanda tera.

4.5.2 Pembuatan larutan baku timbal, Pb 10 $\mu\text{g/ml}$

- a) Pipet 10 ml larutan baku timbal, Pb 100 $\mu\text{g/ml}$ ke dalam labu ukur 100 ml.
- b) Tambahkan larutan asam nitrat, HNO_3 1,0 N sampai tepat tanda tera.

4.5.3 Pembuatan larutan kerja dengan konsentrasi 0,0 $\mu\text{g/ml}$; 0,2 $\mu\text{g/ml}$; 0,4 $\mu\text{g/ml}$; 0,6 $\mu\text{g/ml}$; 0,8 $\mu\text{g/ml}$; dan 1,0 $\mu\text{g/ml}$

- a) Pipet 0,0 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml larutan baku timbal, Pb 10 $\mu\text{g/ml}$ kedalam 6 (enam) labu ukur 50,0 ml.
- b) Tambahkan asam nitrat, HNO_3 1,0 N ke dalam masing-masing labu ukur sampai tanda tera.

CATATAN Konsentrasi tertinggi dari larutan kerja disesuaikan dengan kemampuan SSA, dengan ketentuan linearitas kurva kalibrasi yang dihasilkan (r^2) $\geq 0,99$.

4.6 Prosedur

4.6.1 Penentuan kadar timbal, Pb secara destruksi asam

- a) Siapkan erlenmeyer volume 250 ml;
- b) Timbang contoh uji yang sudah dihomogenkan sebanyak $\pm 3,00$ g, masukkan ke dalam erlenmeyer;
- c) Tambahkan 25 ml air suling, aduk dengan menggunakan batang pengaduk;

- d) Tambahkan 5 ml sampai dengan 10 ml asam nitrat, HNO_3 pekat, aduk hingga bercampur rata;
- e) Tambahkan 3 butir sampai dengan 5 butir batu didih, tutup dengan kaca arloji;
- f) Letakkan erlenmeyer tersebut diatas penangas listrik, atur suhunya pada 105°C sampai dengan 120°C ;
- g) Panaskan sampai volume contoh uji tinggal ± 10 ml;
- h) Angkat dan dinginkan;
- i) Tambahkan 5 ml asam nitrat, HNO_3 pekat dan 1 ml sampai dengan 3 ml asam perklorat, HClO_4 pekat tetes demi tetes melalui dinding kaca erlenmeyer;
- j) Panaskan kembali pada penangas listrik sampai timbul asap putih dan larutan contoh uji menjadi jernih;
- k) Setelah timbul asap putih, pemanasan dilanjutkan selama ± 30 menit;
- l) Jika larutan contoh uji belum jernih, ulangi langkah pada butir 4.6.1 i) sampai dengan k);
- m) Dinginkan contoh uji. Saring dengan kertas saring kuantitatif dengan ukuran pori $8,0\ \mu\text{m}$. Tempatkan filtrat contoh uji pada labu ukur 100 ml dan tambahkan air suling sampai tanda tera. Filtrat contoh uji siap diukur ke dalam spektrofotometer serapan atom (SSA).
- n) Lakukan pengukuran blanko:
 - 1) Siapkan erlenmeyer volume 250 ml;
 - 2) Pipet 25 ml air suling, masukkan ke dalam erlenmeyer tersebut;
 - 3) Lakukan langkah pada butir 4.6.1 d) sampai dengan m).
- o) Pembuatan *spike matrix*:
 - 1) Siapkan erlenmeyer volume 250 ml;
 - 2) Masukkan $\pm 3,00$ g contoh uji yang telah dihomogenkan ke dalam erlenmeyer, tambahkan 2 ml larutan baku timbal, Pb $10\ \mu\text{g/ml}$;
 - 3) Lakukan langkah pada butir 4.6.1 d) sampai dengan m).

4.6.2 Penentuan kadar Air

- a) Timbang dan catat berat cawan porselin yang akan digunakan;
- b) Masukkan contoh uji ke dalam cawan porselin yang telah ditimbang sebanyak ± 5 g;
- c) Panaskan contoh uji pada oven dengan suhu 105°C selama 2 jam;
- d) Masukkan ke dalam desikator selama 30 menit atau sampai dingin;
- e) Timbang dan catat berat cawan;
- f) Ulangi langkah pada butir 4.6.2 c) sampai dengan d) minimal 3 (tiga) kali atau sampai mencapai berat konstan.

4.7 Pengukuran kadar timbal, Pb

4.7.1 Pengukuran kurva kalibrasi

- a) Atur Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan optimalkan untuk pengujian timbal, Pb sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;
- b) Aspirasikan larutan kerja $0,0\ \mu\text{g/ml}$; $0,2\ \mu\text{g/ml}$; $0,4\ \mu\text{g/ml}$; $0,6\ \mu\text{g/ml}$; $0,8\ \mu\text{g/ml}$; dan $1,0\ \mu\text{g/ml}$ ke dalam Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang optimal di sekitar $217,0\ \text{nm}$.
- c) Buat kurva kalibrasi dari data diatas atau tentukan persamaan garis lurusnya.
- d) Bila linearitas kurva kalibrasi (r^2) $< 0,99$, ulangi langkah pada butir 4.7.1 b) sampai dengan c).

4.7.2 Pengukuran kadar timbal, Pb

- Atur Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan optimalkan untuk pengujian timbal, Pb sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;
- Aspirasikan contoh uji yang didapat dari langkah 4.6.1 ke dalam Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang optimal di sekitar 217,0 nm;
- Apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih dari 20 %, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 4.7.2 b);
- Apabila perbedaannya kurang dari 20%, rata-ratakan hasilnya.

4.8 Perhitungan

4.8.1 Kadar timbal, Pb

- Buat kurva kalibrasi berdasarkan hasil pembacaan absorbansi kadar larutan kerja dari alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
- Tentukan kadar timbal, Pb contoh uji dengan cara memplotkan hasil pengukuran timbal, Pb pada kurva kalibrasi;
- Hitung kadar timbal, Pb dengan perhitungan sebagai berikut:
 - untuk perhitungan dalam berat kering contoh uji:

$$Pb = \frac{CxVx_{fp}}{B(1 - K / 100)}$$

- untuk perhitungan dalam berat basah contoh uji:

$$Pb = \frac{CxV}{B}$$

dengan pengertian:

- Pb adalah kadar timbal, Pb dalam sedimen (μg/g);
 C adalah kadar timbal, Pb yang diperoleh dari kurva kalibrasi (μg/ml);
 V adalah volume akhir (ml);
 B adalah berat contoh uji (g);
 Ka adalah kadar air (%);
 fp adalah faktor pengenceran (bila tidak ada pengenceran maka fp = 1).

4.8.2 Kadar air :

$$Ka = \frac{Csb - Cst}{Csb} \times 100\%$$

dengan pengertian :

- Ka adalah kadar air (%);
 Csb adalah berat contoh uji sebelum dipanaskan (berat kering udara) (g);
 Cst adalah berat contoh uji setelah dipanaskan (berat kering) (g).

4.8.3 Persen temu balik

$$R = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

Keterangan:

R adalah persen temu balik (%);

A adalah kadar contoh uji yang di *spike* ($\mu\text{g/g}$);

B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* ($\mu\text{g/g}$);

C adalah kadar standar yang diperoleh (*target value*) ($\mu\text{g/g}$);

$$C = \frac{y}{v} xc$$

dengan pengertian:

y adalah volume standar yang ditambahkan (ml);

c adalah kadar timbal, Pb yang ditambahkan ($\mu\text{g/ml}$);

v adalah berat contoh uji (g).

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a).
- Gunakan spektrofotometer serapan atom yang terkalibrasi (terverifikasi).
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

5.2 Pengendalian mutu

- Linearitas kurva kalibrasi (r^2) harus $\geq 0,99$.
- Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar timbal dalam larutan blanko harus lebih rendah dari batas deteksi.
- Lakukan preparasi triplo untuk kontrol ketelitian analis. Perbedaan hasil analisis triplo adalah $\leq 20\%$.

6 Rekomendasi

Kontrol akurasi

Lakukan salah satu dari beberapa cara di bawah ini:

- Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
- Kisaran persen temu balik adalah 80% sampai dengan 120% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- Lakukan analisis *spike matrix*. Kisaran persen temu balik adalah 80% sampai dengan 120%.
- Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

Lampiran A
(informatif)
Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji timbal, Pb dalam sedimen menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) dengan gas pembakar gas asitilen, C_2H_2 -udara, O_2 , telah dilakukan oleh 5 (lima) orang analis yang berbeda dan waktu berbeda, memberikan simpangan baku (standar deviasi) antara 1 sampai dengan 3.

Uji temu balik dilakukan terhadap contoh uji sedimen yang ditambahkan larutan baku timbal, Pb dengan kadar 0,2 $\mu g/ml$ memberikan nilai persen temu balik sebesar 90% sampai dengan 102%.



Lampiran B
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis dan tanda tangan.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Batas deteksi.
- 8) Perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran triplo.
- 10) Hasil pengukuran blanko.
- 11) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau CRM.
- 12) Kadar timbal dalam contoh uji.



Bibliografi

Japan Industrial Standard (JIS) No. K0102, 1992.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id